

File 351:Derwent WPI 1963-2002/UD,UM &UP=200279

(c) 2002 Thomson Derwent

\*File 351: Alerts can now have images sent via all delivery methods.  
See HELP ALERT and HELP PRINT for more info.

Set	Items	Description
---	-----	-----
?s	pn=de 2052749	
	S1	1 PN=DE 2052749
?t	s1/9	

1/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

000872605

WPI Acc No: 1972-32584T/ 197221

Ductile gold and gold alloys - produced by precipitation from a soln and extrusion

Patent Assignee: DEUT GOLD & SILBER AG (DEGS )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 2052749	A					197221 B
DE 2052749	B	19740214				197408

Priority Applications (No Type Date): DE 2052749 A 19701028

Abstract (Basic): DE 2052749 A

The gold and gold alloy is obtained by adding an aq. Ti salt soln. contg. 0.1-1% Ti referred to the noble metal content, to an aq. strongly acid gold salt soln. and treating the mixture with an ammoniacal soln. of a reducing agent. The resultant ppte is heated at 600-950 degrees C and the powder thus obtained is compacted and extruded. Products have improved hardness and strength at high temp.

Title Terms: DUCTILE; GOLD; GOLD; ALLOY; PRODUCE; PRECIPITATION; SOLUTION; EXTRUDE

Derwent Class: M25; M26

International Patent Class (Additional): C22B-011/04; C22C-001/10; C22C-005/00

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): M22-H03C; M25-F; M26-A; M26-B01

**BEST AVAILABLE COPY**

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.:

C 22 b, 11/04

C 22 c, 5/00

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.:

40 a, 11/04

40 b, 5/00

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 2 052 749

Aktenzeichen: P 20 52 749.5

Anmeldetag: 28. Oktober 1970

Offenlegungstag: 10. Mai 1972

Ausstellungspriorität: —

33

Unionspriorität

34

Datum: —

35

Land: —

51

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von duktilem Gold und Goldlegierungen mit hoher Härte und Warmzugfestigkeit

51

Zusatz zu: —

53

Auscheidung aus: —

71

Anmelder: Deutsche Gold- u. Silber-Scheideanstalt, vormals Roessler, 6000 Frankfurt

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt: Adam, Karl, Dipl.-Chem., 6451 Bruchköbel;  
Poniatowski, Manfred, Dipl.-Ing. Dr., 6451 Erlensee

IT 2052749

DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VORMALS ROESSLER  
Frankfurt, am Main, Weissfrauenstrasse 9

---

Verfahren zur Herstellung von duktilen Gold und Goldlegierungen  
mit hoher Härte und Warmzugfestigkeit

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von duktilen Gold und Goldlegierungen mit hoher Härte und Warmzugfestigkeit durch gemeinsame Fällung von Gold und gegebenenfalls weiteren Edelmetallen zusammen mit Titanverbindungen und Strangpressen des entstehenden Pulvers.

Feingold besitzt nur eine geringe Warmzugfestigkeit, so dass es trotz günstiger korrosionschemischer Eigenschaften keine weite Verbreitung in der Technik gefunden hat. Auch das Zulegieren von Edel- und/oder Unedelmetallen zu Gold zwecks Härtesteigerung brachte keine wesentliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften.

Es wurde daher neuerdings versucht, die mechanischen Eigenschaften, wie beispielsweise Härte, Warm- und Zugfestigkeit, von Gold und Goldlegierungen dadurch zu erhöhen, dass man feindispersen Teilchen, insbesondere Metall- und Metalloiddioxide, in die Goldmatrix einbaute.

So ist es bekannt, derartige Werkstoffe nach dem Sinterverfahren herzustellen, indem man Metall- und Oxidpulver zunächst vermischt, dann presst und bei erhöhter Temperatur zu einem kompakten Werkstoff zusammensintert. Man erhält hierbei zwar einen Werkstoff mit erhöhter Härte und Warmfestigkeit, doch ist es bei diesem Verfahren sehr schwierig, eine gleichmässige Verteilung des Oxids in sehr feinteiliger Form zu erreichen, so dass das so hergestellte Material sehr spröde ist und die Weiterverarbeitung Schwierigkeiten bereitet.

Ausserdem ist es bekannt, dispersionsgehärtete Goldwerkstoffe auf elektrochemischem Weg herzustellen, indem man das Oxid bei der elektrolytischen Abscheidung des Goldes aus der Elektrolytlösung in die Metallmatrix einbaut. Hierbei scheidet sich das im Elektrolyten dispergierte Oxid in feiner Verteilung zusammen mit dem Metall ab. Aber auch hier ist eine homogene Verteilung der Oxidteilchen nur schwer zu erreichen, so dass diese Werkstoffe ebenfalls meist spröde sind.

Auch wurde versucht, das bekannte Verfahren der inneren Oxydation auf Goldlegierungen anzuwenden, doch zeigt das Gold nur eine sehr geringe Löslichkeit und Diffusionsgeschwindigkeit für Sauerstoff, so dass man eine Oxydausscheidung nur an den Korngrenzen im Oberflächenbereich der Legierung erhält und so keinen brauchbaren Werkstoff herstellen kann.

Auch die Methode der gemeinsamen Fällung von Metall und Oxid ist zur Herstellung dispersionsgehärteter Werkstoffe im Prinzip schon bekannt, doch konnten mit dieser Methode bisher bei Gold und Goldlegierungen keine technische verwertbaren Produkte erhalten werden.

Es wurde nunmehr gefunden, dass sich duktile Werkstoffe aus Gold und Goldlegierungen mit hoher Härte und Warmzugfestigkeit dadurch herstellen lassen, dass man eine stark saure, wässrige Goldsalzlösung mit der wässrigen Lösung einer Titanverbindung versetzt, die 0,1 bis 1 % Ti enthält, bezogen auf den Edelmetallgehalt, das Gemisch mit einer ammoniakalischen Lösung eines Reduktionsmittels ausfällt, den Niederschlag bei 600° bis 950° C ausheizt und das entstehende Pulver durch Strangpressen zu Halbzeug in den gewünschten Abmessungen kompaktiert.

Das erfindungsgemässe Verfahren beschränkt sich nicht auf die Herstellung von dispersionsgehärtetem Feingold, sondern es können bis zu 50 %, vorzugsweise bis zu 20 %, des Goldgehaltes durch andere Edelmetalle, wie Silber, Platin, Palladium oder Rhodium, ersetzt sein.

BAD ORIGINAL

- 3 -

Als Reduktionsmittel wird vorteilhafterweise Hydrazin verwendet, doch können auch andere Reduktionsmittel, wie beispielsweise Natriumborhydrid, für das erfindungsgemässe Verfahren Verwendung finden.

Bei der Fällung entsteht ein Gemisch aus metallischem Gold und feinverteiltem Titanoxidhydrat, das bei der anschliessenden Ausheizung in Titandioxid übergeht.

Besonders bewährt hat sich eine Ausheiztemperatur von 650 bis 800° C und eine Strangpresstemperatur von 700 bis 950° C. Wie sich röntgenographisch nachweisen lässt, liegt das Titandioxid dann in der besonders stabilen Rutilform vor, was ausschlaggebend für die günstigen Eigenschaften des erfindungsgemäss hergestellten Materials ist.

In den folgenden Beispielen soll das erfindungsgemässe Verfahren näher erläutert werden:

- 1) 998 ml einer stark salzsauren 10 %igen Goldchloridlösung (pH = 1) werden mit 20 ml einer salzsauren 1 %igen Titanchloridlösung versetzt und unter ständigem Rühren tropfenweise in 1 l einer stark ammoniakalischen 25 %igen Hydrazinlösung einlaufen lassen, wobei nach Beendigung der Reaktion noch überschüssiger Ammoniak vorhanden sein muss. Der entstehende Niederschlag setzt sich schnell ab und kann durch Dekantieren und Filtrieren leicht von der Lösung getrennt werden. Nach dem Trocknen bei 110° C wurde das Pulver in loser Schüttung in ein Aluminiumoxidrohr gefüllt und bei 10<sup>-3</sup> Torr innerhalb von 2 Stunden auf 700° C aufgeheizt. Nach halbstündiger Glühung bei 700° C wurde innerhalb von einer Stunde auf 200° C abgekühlt und das Pulver dem Ofen entnommen. Es wurde anschliessend mit einem Druck von 4,2 t/cm<sup>2</sup> zu Presslingen kompaktiert und bei 850° C zu Bolzen von 12 mm Durchmesser stranggepresst. Der Presstrang liess sich ohne Schwierigkeiten walzen und ziehen und wurde zu 90 µ-Draht weiterverarbeitet. Das Material enthielt 0,2 % Titan in Form von Titandioxid.

- 2) Analog zu Beispiel 1 wurde ein Ausgangsgemisch aus 992 ml 10 %iger Goldchloridlösung und 80 ml 1 %iger Titanchloridlösung verwendet. Der getrocknete Niederschlag wurde 1 Stunde bei 640° C ausgeheizt, das entstehende Pulver kompaktiert, bei 900° C stranggepresst und der Pressling zu 90 µ-Draht weiterverarbeitet. Das Material enthielt 0,8 % Titan in Form von Titandioxid.
- 3) Analog zu Beispiel 1 wurde ein Ausgangsgemisch aus 800 ml 10 %iger Goldchloridlösung, 195 ml 10 %iger Palladiumchloridlösung und 50 ml 1 %iger Titanchloridlösung verwendet. Das Ausheizen erfolgte 15 Minuten bei 920° C, das Strangpressen bei 700° C. Das Material enthielt 80 % Gold, 19,5 % Palladium und 0,5 % Titan als Titandioxid.

Von den nach den Beispielen 1 bis 3 hergestellten Werkstoffen wurden die Brinellhärten (Tabelle 1) und die Warmzugfestigkeit  $\sigma_B$  (Tabelle 2) bei verschiedenen Temperaturen bestimmt,

1078%

Tabelle 1

Werkstoff	Anlaßtemperatur (1 h, Luft) [ °C ]	Brinellhärte [kp/mm <sup>2</sup> ]
Au	20	75
	200	45
	400	24
	700	14
Au 0,2Ti	20	81
	200	77
	400	61
	700	50
Au 0,8Ti	20	106
	200	105
	400	95
	700	76
Au 19,5Pd0,5Ti	20	95
	200	94
	400	87
	700	65

Tabelle 2,

Werkstoff	Prüf temperatur [ °C ]	$\sigma_B$ [kp/mm <sup>2</sup> ]
Au	20	13,0
	200	11,1
	400	8,9
	700	3,7
Au 0,2Ti	20	19,3
	200	17,2
	400	13,7
	700	10,4
Au 0,8Ti	20	22,8
	200	21,6
	400	18,5
	700	14,0
Au 19,5Pd0,5Ti	20	24,1
	200	23,6
	400	21,2
	700	11,3

Die erfindungsgemäss hergestellten Werkstoffe aus Gold und Goldlegierungen zeigen eine ausgezeichnete, bisher nicht erreichte Warmzugfestigkeit und besitzen auch bei hohen Temperaturen noch gute Hätewerte.

Die erfindungsgemäss hergestellten Werkstoffe können daher besonders auf solchen Gebieten Anwendung finden, wo eine hohe Härte und Warmfestigkeit erforderlich ist. Man verwendet solche Goldlegierungen daher beispielsweise für Schmuckwaren, für elektrische Kontakte, für Zündkerzenelektroden und für Auskleidungen und Geräte in der chemischen Industrie.



## P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung von duktilen Gold und Goldlegierungen mit höher Härte und Warmzugfestigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass man eine stark saure, wässrige Goldsalzlösung mit einer wässrigen Titansalzlösung versetzt, die 0,1 bis 1 % Titan enthält, bezogen auf den Edelmetallgehalt, das Gemisch mit einer ammoniakalischen Lösung eines Reduktionsmittels ausfällt, den Niederschlag bei 600 bis 950° C ausheizt und das entstehende Pulver durch Strangpressen zu Halbzeug kompaktiert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in der Goldsalzlösung bis zu 50 %, vorzugsweise bis zu 20 %, des Goldgehaltes durch andere Edelmetalle, wie z. B. Silber, Platin, Palladium oder Rhodium, ersetzt sein können.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Reduktionsmittel Hydrazin verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Ausheizung bei 650 bis 800° C und das Strangpressen bei 700 bis 950° C erfolgt.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Ausheizung und/oder beim Strangpressen die Rutilform des Titandioxids entsteht.

27. 10. 1970  
Schn/Ta

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**